

PAT-NO: JP403022393A

DOCUMENT-IDENTIFIER: JP 03022393 A

TITLE: THIN FILM EL(ELECTROLUMINESCENCE) DEVICE

PUBN-DATE: January 30, 1991

INVENTOR-INFORMATION:

NAME

OGURA, TAKASHI

YAMASHITA, TAKURO

NAKAYA, HIROAKI

YOSHIDA, MASARU

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME

COUNTRY

SHARP CORP

N/A

APPL-NO: JP01158029

APPL-DATE: June 20, 1989

INT-CL (IPC): H05B033/22, H05B033/04

US-CL-CURRENT: 313/402

ABSTRACT:

PURPOSE: To prevent aged deterioration of emission luminance by making cellulose resin film contain an antioxidant to protect the film from oxidation.

CONSTITUTION: An insulating layer 8 consisting of cellulose resin film is laid between a luminous layer 7 and an electrode 9, and this cellulose resin film is made to contain an antioxidant to prevent oxidation of the cellulose resin film. The cellulose resin film is preferably formed by dryingly coating a solution of solvent of demoistured-a-drying-agent cellulose resin as it is. In this case, the moisture in the formed film decreases with the result that oxidation of the cellulose resin caused by moisture in the film can be controlled. Thereby, it is possible to prevent oxidation of the cellulose resin constituting an insulting layer 8, so that aged deterioration of emission luminance can be prevented and the reliability, improved.

## ⑫ 公開特許公報(A)

平3-22393

⑤Int.Cl.<sup>5</sup>H 05 B 33/22  
33/04

識別記号

庁内整理番号

6649-3K  
6649-3K

④公開 平成3年(1991)1月30日

審査請求 未請求 請求項の数 2 (全5頁)

④発明の名称 薄膜EL素子

①特 願 平1-158029

②出 願 平1(1989)6月20日

⑦発明者 小 倉 隆 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社  
内

⑦発明者 山 下 卓 郎 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社  
内

⑦発明者 中 彌 浩 明 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社  
内

⑦発明者 吉 田 勝 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号 シャープ株式会社  
内

⑦出願人 シャープ株式会社 大阪府大阪市阿倍野区長池町22番22号

⑦代理人 弁理士 青 山 葆 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

薄膜EL素子

## 2. 特許請求の範囲

(1)発光層と、電極との間にセルロース系樹脂膜からなる絶縁層を備えた薄膜EL素子において、上記セルロース系樹脂膜に酸化防止剤を含有させて、このセルロース系樹脂膜の酸化を防止するようにしたことを特徴とする薄膜EL素子。

(2)発光層と電極との間にセルロース系樹脂膜からなる絶縁層を備えた薄膜EL素子において、上記セルロース系樹脂膜は、乾燥剤によって水分を除去したセルロース系樹脂溶剤溶液から形成されていることを特徴とする薄膜EL素子。

## 3. 発明の詳細な説明

## &lt;産業上の利用分野&gt;

この発明は、発光輝度の経時変化を防止して信頼性を向上させた薄膜EL素子に関する。

## &lt;従来の技術&gt;

従来の薄膜EL素子は、絶縁層としてスパッタ

法あるいは蒸着法などによる無機絶縁膜を多く用いている。そのため、大型で複雑な装置が必要であったり、絶縁膜作成に時間がかかるなどの欠点があった。そこで、最近、簡単な装置で、しかも短時間で作製可能な有機絶縁膜、例えばシアノエチルセルロース膜を用いる検討が盛んに行なわれている。

## &lt;発明が解決しようとする問題点&gt;

しかしながら、上記従来の有機絶縁膜を用いた薄膜EL素子は、長期エージングに対して発光輝度-印加電圧(L-V)特性が比較的短時間で劣化し、無機絶縁膜を用いた薄膜EL素子に比べて信頼性が良くないという問題がある。例えば上述のシアノエチルセルロース膜を用いて作製した薄膜EL素子は、作製直後のL-V特性が第3図に示すデータの曲線1のようになる。この特性は、従来の無機絶縁膜を用いた場合と同等なものとなっている。ところが、エージングを行なうと比較的短時間で、曲線2に示すように、L-V特性の傾斜がゆるやかになって発光開始電圧(V<sub>th</sub>)の低下

が起こり、素子が劣化する。

本発明者が、この劣化の原因を調べるためにエーシング前後でのシアノエチルセルロース膜の外透過率(IRスペクトル)を測定したところ、エーシング前に第4図(a)に示すような透過率であったのに対してエーシング後に第4図(b)に示すような透過率となって、エーシング前よりもエーシング後の方がC=O結合の吸収ピーク(第4図(b)中に矢印で示す $1700\text{ cm}^{-1}$ 付近のピーク)が大きくなったことがわかった。すなわち、上記シアノエチルセルロースが酸化されるのが劣化の原因であることが判明した。

そこで、この発明の目的は、上記絶縁層を構成するセルロース系樹脂の酸化を防止することによって、発光輝度の経時変化を防止して信頼性を向上させた薄膜EL素子を提供することにある。

#### <課題を解決するための手段>

上記目的を達成するために、この発明は、発光層と、電極との間にセルロース系樹脂膜からなる絶縁層を備えた薄膜EL素子において、上記セル

ロース系樹脂膜に酸化防止剤を含有させて、このセルロース系樹脂膜の酸化を防止するようにしたことを特徴としている。

また、この発明は、発光層と電極との間にセルロース系樹脂膜からなる絶縁層を備えた薄膜EL素子において、上記セルロース系樹脂膜は、乾燥剤によって水分を除去したセルロース系樹脂溶液から形成することを特徴としている。

#### <作用>

絶縁層を構成するセルロース系樹脂膜が酸化防止剤を含有する場合、セルロース系樹脂自体の酸化が抑制される。したがって、従来に比して、薄膜EL素子の信頼性が改良される。

また、絶縁層を構成するセルロース系樹脂膜が、乾燥剤によって水分が除去されたセルロース系樹脂の溶液溶液からそのまま塗布乾燥して形成される場合、形成された膜中の水分が減少して、膜中の水分によるセルロース系樹脂の酸化が抑制される。したがって、従来に比して、薄膜EL素子の信頼性が改良される。

#### <実施例>

以下、この発明の薄膜EL素子を図示の実施例により詳細に説明する。

第1図に示すように、この薄膜EL素子は、ガラス基板3と、透明電極4と、 $\text{SiO}_2$ 膜5a、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜5bからなる下部絶縁層5と、発光層7と、酸化防止剤としてビタミンEを1wt%だけ含有したシアノエチルセルロース膜からなる上部絶縁層8と、背面電極9とからなっている。

この薄膜EL素子は、次のようにして形成する。

①まず、ガラス基板3上に透明電極4をストライプ状に加工・形成する(第1図はこのストライプの方向に垂直な方向から見たところを示している)。この上に、スパッタ法によって、下部絶縁層5として、 $\text{SiO}_2$ 膜5a、 $\text{Si}_3\text{N}_4$ 膜5bを $2000\sim 2500\text{ Å}$ の厚さに形成した後、電子ビーム蒸着法によって、 $\text{ZnS}$ を母体とし $\text{Mn}$ を発光中心とする発光層7を形成する。

②上記①の工程とは別に、予めジメチルホルムアミドにシアノエチルセルロースを溶かしてシア

ノエチルセルロースの1～10%溶液を作製する。この溶液に乾燥剤としてゼオライト(商品名;モレキュラーシーブ)またはシリカゲルを投入し、一昼夜の間放置して、この溶液から酸化の原因となる水分を除去しておく。そして、この溶液にさらにビタミンEを1wt%だけ混合して作製した溶液を、スピンナーによって上記①の試料に $2000\sim 2500\text{ r.p.m.}$ の回転数で回転塗布する。続いて、この試料を空気中において $100\sim 300^\circ\text{C}$ の温度で $30\sim 60$ 分間乾燥させることによって、上記ビタミンEを1wt%だけ含有したシアノエチルセルロース膜からなる上部絶縁層8を形成する。

③最後に、Alからなり、ストライプ状をなす背面電極9を上記透明電極4に直交させて形成して、素子の作製を完了する。

このようにして作製した薄膜EL素子は、上記上部絶縁層8を構成するシアノエチルセルロース膜中のビタミンEが酸化防止剤として働くことになる。すなわち、ビタミンEの主成分であるトコフェロールがシアノエチルセルロースよりも自ら

容易に酸化されてキノンを生じる。したがって、シアノエチルセルロース自体の酸化を抑制することができる。また、上記上部絶縁層 8 のシアノエチルセルロース膜は、ゼオライトまたはシリカゲルによって乾燥させた上記シアノエチルセルロースのジメチルホルムアミド溶液を用いてそのまま塗布乾燥して形成しているので、この膜中の水分を減少させることができ、シアノエチルセルロースの酸化をより一層抑制することができる。この薄膜 E 素子をエージングしたところ、エージング時間の経過に対する発光開始電圧  $V_{th}$  の推移は、第 2 図中のデータ曲線 10 に示すように、従来の素子の場合(第 2 図中に示すデータ曲線データ 12)に比して極めて安定なものとなった。

なお、上記薄膜 E 素子の作製にあたり、シアノエチルセルロース膜にビタミン E を含有させ、さらにその材料となる溶液を乾燥するという二つの手段を併用したが、これらのうち一方のみを採用することによっても十分な効果を上げることができる。ビタミン E を含有させることなく、溶液

を乾燥する手段のみを採用した場合、発光開始電圧  $V_{th}$  の推移は、第 4 図中に曲線 11 に示すように、安定したものとなった。

また、上記薄膜 E 素子は、下部絶縁層 5 を無機絶縁膜で構成し、上部絶縁層 8 のみを有機絶縁膜(シアノエチルセルロース膜)としたが、これに限られるものではなく、両絶縁層をともに有機絶縁膜によって構成してこの発明を適用しても良い。

#### <発明の効果>

以上より明らかなように、この発明は、発光層と、電極との間にセルロース系樹脂膜からなる絶縁層を備えた薄膜 E 素子において、上記セルロース系樹脂膜に酸化防止剤を含有させて、この膜の酸化を防止するようにしているので、上記絶縁層を構成するセルロース系樹脂の酸化を防止することができ、したがって発光輝度の経時変化を防止して信頼性を向上させることができる。

また、この発明は、発光層と電極との間にセルロース系樹脂膜からなる絶縁層を備えた薄膜 E 素子において、上記セルロース系樹脂膜は、乾燥

剤によって水分を除去したセルロース系樹脂溶剤溶液から形成しているので、上記絶縁層を構成するセルロース系樹脂の酸化を防止することができ、したがって発光輝度の経時変化を防止して信頼性を向上させることができる。

#### 4. 図面の簡単な説明

第 1 図はこの発明の一実施例の薄膜 E 素子の構成を示す図、第 2 図は上記薄膜 E 素子のエージングによる発光開始電圧  $V_{th}$  の時間推移を示す図、第 3 図は従来の薄膜 E 素子のエージングによる劣化前後の発光輝度-印加電圧特性を示す図、第 4 図(a)、第 4 図(b)はそれぞれ上記従来の薄膜 E 素子のエージング前、エージング後におけるシアノエチルセルロース膜の赤外透過率を示す図である。

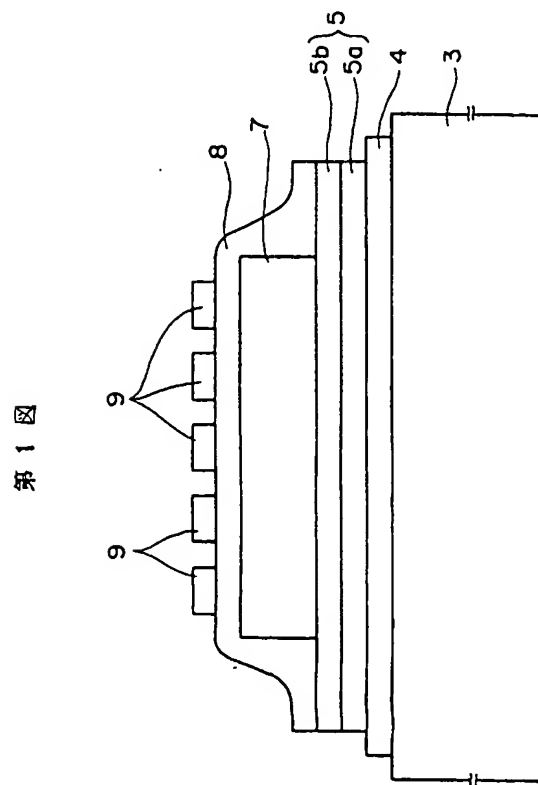
3…ガラス基板、4…透明電極、

5…下部絶縁層、5a… $SiO_2$  膜、5b… $Si_3N_4$  膜、

7…発光層、8…上部絶縁層、9…背面電極。

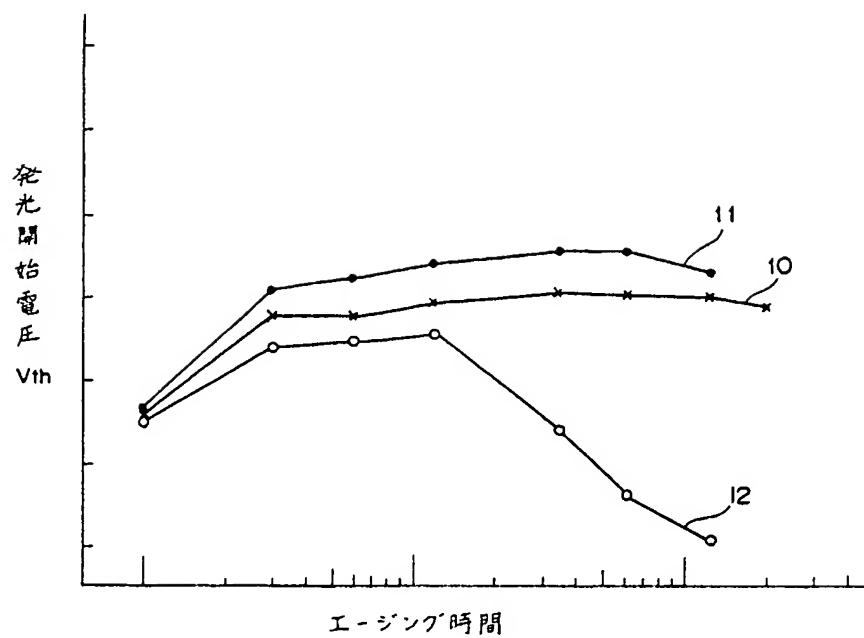
特 許 出 願 人 シャープ株式会社

代 理 人 弁 理 士 齊 山 徹 ほか 1 名

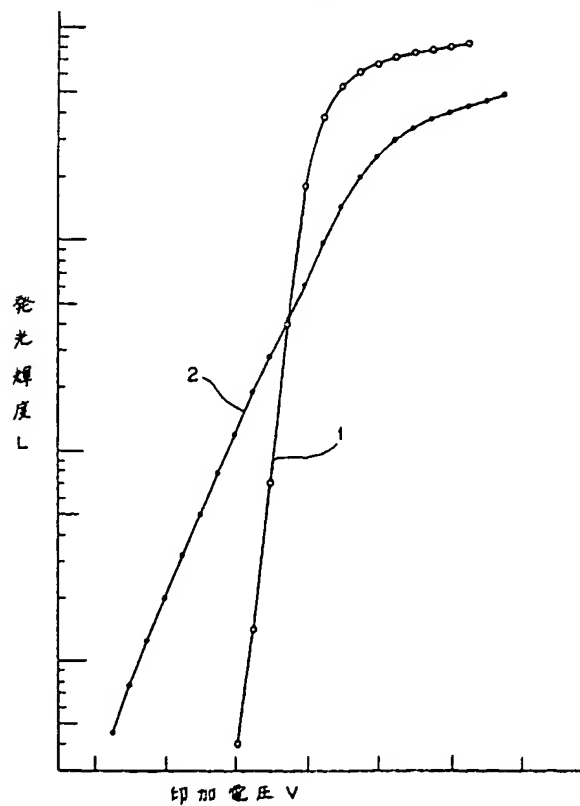


第 1 図

第2図



第3図



第4図

